

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Method of forming tungsten carbide by chemical vapor deposition

Patent Number: ☐ [US4980201](#)
Publication date: 1990-12-25
Inventor(s): TOKUNAGA NOBUYUKI (JP); KITA YASUSHI (JP)
Applicant(s):: CENTRAL GLASS CO LTD (JP)
Requested Patent: ☐ [DE3907693](#)
Application Number: US19890319707 19890307
Priority Number(s): JP19880057301 19880310
IPC Classification: C23C16/32
EC Classification: C23C16/32
Equivalents: ☐ [CH678176](#), ☐ [FR2628442](#), ☐ [GB2216547](#), ☐ [JP1230417](#), JP1914025C, JP6043243B

Abstract

The invention relates to a chemical vapor deposition (CVD) method for forming tungsten carbide, W₃C, by subjecting a gas mixture of tungsten hexafluoride, hydrogen and an aromatic hydrocarbon, e.g. benzene, to vapor phase reaction at an elevated temperature. The reaction temperature can be lowered to the extent of 250 DEG C. and the reaction can be carried out even at normal pressure, not necessarily under reduced pressure, by proportioning tungsten hexafluoride, hydrogen and the hydrocarbon such that in the gas mixture the atomic ratio of C to W falls in the range from 2 to 10 while the atomic ratio of H to C is not lower than 3. By this method a W₃C film excellent in glossiness can be deposited on various metal parts without adversely affecting the metal parts by the elevated temperature.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



DEUTSCHES
PATENTAMT

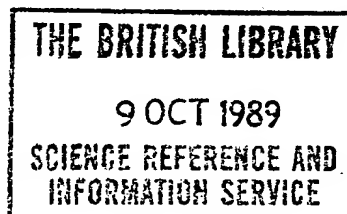
②1 Aktenzeichen: P 39 07 693.8
②2 Anmeldetag: 9. 3. 89
④3 Offenlegungstag: 21. 9. 89

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
10.03.88 JP 63-57301

⑦1 Anmelder:
Central Glass Co., Ltd., Ube, Yamaguchi, JP

⑦4 Vertreter:
Manitz, G., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Finsterwald, M.,
Dipl.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing.; Heyn, H., Dipl.-Chem.
Dr.rer.nat., 8000 München; Rotermund, H.,
Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte, 7000 Stuttgart

⑦2 Erfinder:
Tokunaga, Nobuyuki; Kita, Yasushi, Ube, JP



Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Herstellung von Wolframcarbid durch chemische Dampfabcheidung

Die Erfindung betrifft ein chemisches Dampfabcheidungsverfahren (CVD-Verfahren) zur Herstellung von Wolframcarbid, W_3C , bei welchem eine Gasmischung aus Wolframhexafluorid, Wasserstoff und einem aromatischen Kohlenwasserstoff, z. B. Benzol, einer Dampfphasenreaktion bei einer erhöhten Temperatur unterworfen wird. Die Reaktionstemperatur kann bis auf einen Wert von $250^\circ C$ erniedrigt werden, und die Reaktion kann selbst bei Normaldruck, d. h. nicht notwendigerweise unter vermindertem Druck, dadurch durchgeführt werden, daß Wolframhexafluorid, Wasserstoff und Kohlenwasserstoff in einem solchen Verhältnis verwendet werden, daß in der Gasmischung das Atomverhältnis von C : W in dem Bereich von 2 : 10 fällt, während das Atomverhältnis von H : C nicht niedriger als 3 ist. Nach diesem Verfahren kann ein W_3C -Film mit ausgezeichnetem Glanz auf verschiedenen Metallteilen ohne abträgliche Beeinträchtigung der Metallteile durch die erhöhte Temperatur abgelagert werden.

DE 3907693 A1

DE 3907693 A1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von durch die Formel W_3C wiedergegebenem Wolframcarbid durch eine chemische Reaktion in der Dampfphase zwischen Wolframhexafluorid und einer Mischung aus Wasserstoff und einem aromatischen Kohlenwasserstoff. Insbesondere ist das Verfahren zur Ablagerung eines Filmes aus W_3C auf einer Metalloberfläche geeignet.

Es ist bekannt, daß harte und zusammenhängende Überzüge aus Wolframcarbid für die Verbesserung der Abnutzungsbeständigkeit und Dauerhaftigkeit für Schneidwerkzeuge und Maschinenteile sehr wirksam sind. Es ist möglich, einen Wolframcarbidfilm auf einer Metalloberfläche durch ein Plasmasprühverfahren oder Flammensprühverfahren abzulagern, jedoch ist es in jedem Fall schwierig, einen Film mit ausreichend hoher Dichte und guter Haftfestigkeit gegenüber der Metalloberfläche auszubilden.

Andererseits wurde gezeigt, daß es möglich ist, durch Arbeitsweisen der chemischen Dampfabscheidung (CVD) Wolframcarbidüberzüge mit weit besseren Eigenschaften sowohl hinsichtlich Dichte als auch Haftung an den Metalloberflächen herzustellen. Bei der Bildung von Wolframcarbid durch CVD ist eine bevorzugte Wolframquelle Wolframhexafluorid, und es wurden Untersuchungen der Dampfphasenreaktionen zwischen Wolframhexafluorid und verschiedenen Arten von reduzierenden Gasmischungen, welche eine Kohlenstoffquelle enthalten, durchgeführt.

Im allgemeinen müssen Dampfphasenreaktionen bei beträchtlich hohen Temperaturen zur Ablagerung der gewünschten Wolframcarbidfilme durchgeführt werden. Beispielsweise zeigt die GB 13 26 769 die Ausbildung eines Überzugs aus Wolframcarbid mit der chemischen Formel WC oder W_2C durch Dampfphasenreaktion zwischen Wolframhexafluorid und einem Mischgas aus Wasserstoff und einem aromatischen Kohlenwasserstoff wie Benzol bei Temperaturen zwischen $400^\circ C$ und $1000^\circ C$. Da solche hohen Temperaturen in abträglicher Weise die Metallmaterialien der dem Beschichteten unterworfenen Gegenstände beeinträchtigen, gibt es Einschränkungen hinsichtlich der Anwendungen dieser Beschichtungsmethode bei Präzisionsmetallteilen.

Die JP 62-15 484 zeigt, daß die Dampfphasenreaktion zwischen Wolframhexafluorid und einer Mischung aus Wasserstoff und einem aromatischen Kohlenwasserstoff für die Ablagerung von Wolframcarbid bei relativ niedrigen Reaktionstemperaturen, nämlich bei $350-500^\circ C$, durchgeführt werden kann, indem das Atomverhältnis von Wolfram zu Kohlenstoff in dem Reaktionsgemisch innerhalb des Bereiches von 3 bis 6 beschränkt wird. Durch Röntgenbeugungsanalyse der nach dieser Methode erhaltenen Wolframcarbidfilme wurde bewiesen, daß sie die chemische Formel W_3C besitzen. Ein Verdienst dieser Methode im Vergleich zu WC -Filmen und W_2C -Filmen ist, daß W_3C -Filme einen besseren Oberflächenglanz und eine bessere Abriebbeständigkeit besitzen und damit einen höheren Handelswert haben. Jedoch muß selbst bei dieser Methode die Reaktionstemperatur auf einen Wert von etwa $400^\circ C$ für die praktische Durchführung der Ablagerung von ausgezeichneten Wolframcarbidfilmen liegen, und es gibt daher beträchtliche Beschränkungen bei industriellen Anwendungen dieser Methode. Weiterhin bedingt diese Methode kostspielige Ausrüstungen und komplizierte Arbeitsvorgänge, da die Dampfphasenreaktion

unter vermindertem Druck, üblicherweise bei oder unterhalb von 20×10^3 Pa (150 Torr) durchgeführt wird. Darüber hinaus sind die nach dieser Methode hergestellten Filme aus W_3C nicht voll zufriedenstellend hinsichtlich des Glanzes.

Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Wolframcarbid der Formel W_3C durch chemische Dampfabscheidung unter Verwendung einer gasförmigen Mischung aus Wolframhexafluorid, einem aromatischen Kohlenwasserstoff und Wasserstoff sowie ein Verfahren mit dem Beschichtungen aus W_3C mit ausgezeichneten Eigenschaften bei ziemlich niedrigen Temperaturen, welche die der Beschichtung unterworfenen, metallischen Materialien kaum beeinflussen, selbst unter atmosphärischem Druck hergestellt werden können.

Zur Lösung dieser Aufgabe dient das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von Wolframcarbid der Formel W_3C , bei welchem eine Gasmischung aus Wolframhexafluorid, einem aromatischen Kohlenwasserstoff und Wasserstoff der Dampfphasenreaktion bei einer erhöhten Temperatur unterworfen wird, wobei das Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, daß die drei Bestandteile der Gasmischung in einem solchen Verhältnis vorliegen, daß in der Gasmischung das Atomverhältnis von Kohlenstoff zu Wolfram im Bereich von 2 bis 10 liegt, und daß in der Gasmischung das Atomverhältnis von Wasserstoff zu Kohlenstoff nicht niedriger als 3 ist.

Durch dieses Verfahren ist die Ausbildung entweder eines Pulvers oder eines Filmes aus W_3C möglich. Die Dampfphasenreaktion zur Herstellung von W_3C kann bei Temperaturen von nicht niedriger als $250^\circ C$ durchgeführt werden. Der obere Grenzwert der Reaktionstemperatur ist nicht streng beschränkt. Im allgemeinen sind relativ hohe Temperaturen zur Herstellung von Pulver aus W_3C günstig, während relativ niedrigere Temperaturen zur Herstellung von W_3C -Filmen auf Metalloberflächen oder anderen festen Oberflächen vorteilhaft sind. Daher ist es im Fall der Herstellung eines Films aus Wolframcarbid auf einem Substrat nach dem erfindungsgemäßen Verfahren vorteilhaft, die zuvor genannte Dampfphasenreaktion bei einer Temperatur im Bereich von $250^\circ C$ bis $500^\circ C$ durchzuführen.

Ein wesentlicher Vorteil der Erfindung liegt darin, daß ein ausgezeichneter Wolframcarbidfilm auf z.B. einer Metalloberfläche selbst bei einer niedrigeren Temperatur als $300^\circ C$ abgeschieden werden kann. Daher ist es für zahlreiche Arten von Metallmaterialien möglich, die Beschichtung mit Wolframcarbid bei nur geringer nachteiliger Beeinflussung der Metallmaterialien durchzuführen. Dies bedeutet, daß das erfindungsgemäße Verfahren weit verbreitet bei unterschiedlichen Maschinenelementen einschließlich Teilen von Präzisionsinstrumenten anwendbar ist. Nach der Erfindung hergestellte Wolframcarbidfilme besitzen eine hohe Härte und Dichte, einen sehr guten Oberflächenglanz und eine sehr gute Haftung auf den Substraten bzw. Unterlagen.

Ein weiterer wesentlicher Vorteil der Erfindung ist, daß die Ablagerung eines Wolframcarbidfilms auf einer Metalloberfläche unter atmosphärischem Druck durchgeführt werden kann. In diesem Fall kann die Dampfphasenreaktion in einer relativ einfachen und wenig kostspieligen Apparatur durchgeführt werden, und die Arbeitsvorgänge sind ebenfalls einfacher. Darüber hinaus wird die Produktivität erhöht, da die Ablagerungsgeschwindigkeit des Wolframcarbids hoch ist, wenn die Reaktion unter atmosphärischem Druck durchgeführt wird. Jedoch ist es ohne weiteres möglich, den erfin-

dungsgemäßen CVD-Vorgang unter vermindertem Druck durchzuführen. Wenn das Aussehen des abgelagerten Wolframcarbidfilms von großer Wichtigkeit ist, ist eine Abscheidung unter vermindertem Druck wegen der Möglichkeit der Verbesserung der Gleichförmigkeit und des Glanzes des abgelagerten Filmes vorteilhaft.

Die Erfindung wird im folgenden anhand bevorzugter Ausführungsformen näher erläutert.

Bei der Erfindung ist die Quelle für Wolfram zur Bildung des Wolframcarbids immer Wolframhexafluorid. Die Quelle für Kohlenstoff ist ein aromatischer Kohlenwasserstoff, der üblicherweise unter Arylkohlenwasserstoffen wie z.B. Benzol, Toluol und Xylol ausgewählt wird. Die Verwendung von Benzol, das einen relativ hohen Dampfdruck besitzt und zur Verwendung als industrielles Ausgangsmaterial bequem zur Verfügung steht, ist bevorzugt.

Der Anteil des aromatischen Kohlenwasserstoffs zum Wolframhexafluorid ist unter der Bedingung variabel, daß das Verhältnis von Kohlenstoff in dem Kohlenwasserstoff zu Wolfram in dem Hexafluorid in dem Bereich von 2 bis 10, ausgedrückt als Atomverhältnis C/W, fällt. Falls die Menge des Kohlenwasserstoffs so gering ist, daß das Atomverhältnis von Kohlenstoff zu Wolfram den Wert von 2 nicht erreicht, ist die Herstellung eines Films aus reinem W_3C schwierig, und in den meisten Fällen wird ein Film aus einer Mischung aus W_3C und Wolfram (W) erhalten. Die elementares W enthaltenden Filme sind schlechter als reine W_3C -Filme hinsichtlich der physikalischen Eigenschaften einschließlich des Oberflächenglanzes und der Abriebbeständigkeit. Andererseits macht es wenig Probleme, die Menge des aromatischen Kohlenwasserstoffes in einem solchen Ausmaß zu erhöhen, daß das Atomverhältnis von Kohlenstoff zu Wolfram 10 überschreitet, obwohl dies die Vergeudung einer beträchtlichen Menge des Kohlenwasserstoffs bedeutet und daher nicht ökonomisch ist.

Bei der Erfindung gibt es eine Beschränkung hinsichtlich der Menge des Wasserstoffgases, das zusammen mit den zuvor beschriebenen Quellen für Wolfram und Kohlenstoff verwendet werden muß. Das heißt, daß in der Gasmischung eines aromatischen Kohlenwasserstoffs, von Wolframhexafluorid und Wasserstoff die Menge des Wasserstoffgases derart sein muß, daß das Verhältnis von Wasserstoff (einschließlich des Wasserstoffes des Kohlenwasserstoffes) zu Kohlenstoff wenigstens 3, ausgedrückt als Atomverhältnis H/C, wird. Falls das Atomverhältnis von Wasserstoff zu Kohlenstoff niedriger als 3 liegt, ergibt der CVD-Prozeß einen Film aus einer Mischung aus W_3C und W.

Eine gasförmige Mischung der Ausgangsmaterialien wird der Dampfphasenreaktion durch angemessenes Erhitzen unterworfen. Wie zuvor beschrieben, ist die Reaktionstemperatur in breitem Maße variabel, sofern sie nicht niedriger als $250^\circ C$ liegt, obwohl die Anwendung einer nicht höher als $500^\circ C$ liegenden Reaktionstemperatur bevorzugt ist, wenn ein Film aus W_3C auf einem Metall oder einer anderen festen Oberfläche ausgebildet werden soll.

Obwohl das Material der festen Oberfläche zur Ablagerung von W_3C hierauf nicht beschränkt ist, werden die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens voll erreicht, wenn Aluminium das Substratmaterial ist. Aluminium besitzt ein niedriges spezifisches Gewicht und hat zahlreiche günstige Eigenschaften, jedoch besitzt es keine große Oberflächenhärte und weist damit eine niedrigere Abriebbeständigkeit auf. Dieser Nachteil wird durch Beschichtung mit einem gutem Film aus Wolf-

ramcarbid vermieden, insbesondere wenn die Erfindung auf Aluminium mit einer Reinheit von 98% oder höher angewandt wird, haftet der abgelagerte W_3C -Film sehr fest auf der Aluminiumoberfläche.

Die Dampfphasenreaktion kann bei normalem Druck durchgeführt werden, und wenn ein W_3C -Film sehr hoher Qualität ausgebildet werden soll, kann sie unter vermindertem Druck durchgeführt werden.

Abgesehen von den zuvor beschriebenen Beschränkungen und Bedingungen kann die Dampfphasenreaktion gemäß der Erfindung unter Anwendung konventioneller CVD-Techniken durchgeführt werden.

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert:

Beispiel 1

Eine konventionelle CVD-Apparatur vom Typ mit horizontaler Strömung wurde verwendet. Die Apparatur besaß ein zylindrisches Reaktionsgefäß mit einem Innendurchmesser von 40 cm, einer Gesamtlänge von 100 cm und einer Länge der Zone der homogenen Temperatur von 60 cm. Im Zentrum der Zone homogener Temperatur war ein Streifen aus Nickelblech mit einer Breite von 2 cm, einer Länge von 5 cm und einer Dicke von 2 mm als mit Wolframcarbid zu beschichtendes Substrat angeordnet, und das Innere des Reaktionsgefäßes wurde erhitzt gehalten. In diesem Zustand wurde ein Mischgas der Ausgangsmaterialien kontinuierlich in das Reaktionsgefäß über eine an einem Ende des Reaktionsgefäßes vorgesehene Düse eingeführt.

Die zuvor beschriebene Apparatur und die Bedingungen wurden nicht nur in diesem Beispiel, sondern auch bei den folgenden Beispielen und den Vergleichsversuchen angewandt.

In diesem Beispiel wurde ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff, in den Anteilen von 2,2 : 1 : 33, angegeben in mol, angewandt. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W = 2,7 und das Atomverhältnis H/C = 11. In dem Reaktor wurde die Zone der homogenen Temperatur auf $400^\circ C$ gehalten. Unter atmosphärischem Druck wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 30 min bei einer Strömungsrate von 7,8 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein harter und glänzender Film mit einer Dicke von 19 μm auf der Oberfläche des Nickelstreifens ausgebildet. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß der Film ein Film aus reinem W_3C war.

Beispiel 2

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen von 1,4 : 1 : 10 wurde verwendet. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W = 4,3 und das Atomverhältnis H/C = 3,3. Im Reaktionsgefäß wurde die Zone der homogenen Temperatur auf $300^\circ C$ gehalten. Unter atmosphärischem Druck wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 60 min bei einer Strömungsrate von 2,1 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein harter und glänzender Film mit einer Dicke von 12 μm auf der Oberfläche des Nickelstreifens ausgebildet. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film ein Film aus reinem W_3C war.

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen 2,7 : 1 : 42 wurde verwendet. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W = 2,2 und das Atomverhältnis H/C = 7,0. In dem Reaktionsgefäß wurde die Zone der homogenen Temperatur auf 250°C gehalten. Unter atmosphärischem Druck wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 90 min bei einer Strömungsrate von 7,6 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein harter und glänzender Film mit einer Dicke von 9 µm auf der Oberfläche des Nickelstreifens ausgebildet. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film ein Film aus reinem W₃C war.

Vergleichsversuch A

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen 16 : 1 : 233 wurde verwendet. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W lediglich 0,38 und das Atomverhältnis H/C = 78. In dem Reaktionsgefäß wurde die Zone der homogenen Temperatur auf 400°C gehalten. Unter atmosphärischem Druck wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 30 min bei einer Strömungsrate von 7,5 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein glanzloser Film mit einer Dicke von 21 µm auf der Oberfläche des Nickelstreifens ausgebildet. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film aus einer Mischung von W und W₃C bestand.

Vergleichsversuch B

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen 2,9 : 1 : 8,1 wurde verwendet. In dem Mischgas erreichte das Atomverhältnis C/W = 2,8 und das Atomverhältnis H/C war lediglich 2,7. In dem Reaktionsgefäß wurde die Zone der homogenen Temperatur auf 400°C gehalten. Unter atmosphärischem Druck wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 60 min bei einer Strömungsrate von 1,0 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein Film mit einer Dicke von 30 µm auf dem Nickelstreifen ausgebildet. Dieser Film war glänzend, nahm jedoch eine schwach bläuliche Färbung an. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film aus einer Mischung von W und W₃C gebildet war.

Beispiel 4

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen 1,7 : 1 : 31 wurde verwendet. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W = 3,5 und das Atomverhältnis H/C = 10. Im Reaktionsgefäß wurde die Zone der homogenen Temperatur auf 400°C gehalten. Unter vermindertem Druck (Gesamtgasdruck) von 12×10^3 Pa (90 Torr) wurde das Mischgas kontinuierlich in das Reaktionsgefäß während 60 min bei einer Strömungsrate von 2,4 l/min eingeführt. Als Ergebnis wurde ein harter und glänzender Film mit einer Dicke von 9 µm auf der Oberfläche des Nickelstreifens ausgebildet. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film ein Film aus reinem W₃C war. Verglichen mit den in den Beispielen 1 bis 3 hergestellten Filmen war dieser W₃C-Film hinsichtlich Gleichmäßigkeit, Oberflächenglätte und Glanz

Der CVD-Vorgang von Beispiel 4 wurde mit der Ausnahme wiederholt, daß die Reaktionstemperatur auf 300°C erniedrigt wurde, und daß die Reaktion (Einspeisung des Mischgases) während 120 min fortgeführt wurde. Als Ergebnis wurde ein Film aus reinem W₃C mit einer Dicke von 8 µm auf dem Nickelstreifen ausgebildet. Im Aussehen unterschied sich dieser Film nicht nennenswert von dem in Beispiel 4 hergestellten Film.

Vergleichsversuch C

Ein Mischgas aus Wolframhexafluorid, Benzol und Wasserstoff in den Molverhältnissen 20 : 1 : 367 wurde verwendet. In dem Mischgas betrug das Atomverhältnis C/W lediglich 0,31 und das Atomverhältnis H/C war 121. Abgesehen von dieser Änderung wurde der CVD-Vorgang des Beispiels 4 wiederholt. In diesem Fall betrug die Dicke des auf dem Nickelstreifen ausgebildeten Films nur 4 µm. Aus dem Röntgenbeugungsmuster wurde bestätigt, daß dieser Film aus einer Mischung aus W und W₃C gebildet war. Dieser Film war hinsichtlich Oberflächenglanz und Oberflächenglätte dem in Beispiel 4 hergestellten W₃C-Film beträchtlich unterlegen und örtlich war die Filmoberfläche rau.

Vergleichsversuch D

Der CVD-Vorgang von Vergleichsversuch C wurde mit der Ausnahme wiederholt, daß die Reaktionstemperatur auf 300°C erniedrigt wurde und daß die Reaktion (Einspeisung des Mischgases) während 120 min fortgeführt wurde. Auch in diesem Fall wurde ein Film aus einer Mischung von W und W₃C auf dem Nickelstreifen ausgebildet. Die Dicke des Films betrug nur 3 µm.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Wolframcarbid der Formel bei welchem eine Gasmischung aus Wolframhexafluorid, einem aromatischen Kohlenwasserstoff und Wasserstoff einer Dampfphasenreaktion bei erhöhter Temperatur unterworfen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Wolframhexafluorid, der aromatische Kohlenwasserstoff und der Wasserstoff so proportioniert werden, daß das Atomverhältnis von Kohlenstoff zu Wolfram in der Gasmischung im Bereich von 2 bis 10 liegt und daß das Atomverhältnis von Wasserstoff zu Kohlenstoff in der Gasmischung nicht niedriger als 3 ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als aromatischer Kohlenwasserstoff ein Arylkohlenwasserstoff verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Arylkohlenwasserstoff Benzol verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine erhöhte Temperatur von nicht niedriger als 250°C angewandt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dampfphasenreaktion bei Normaldruck durchgeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dampfphasenreaktion unter vermindertem Druck durchgeführt wird.

7. Verfahren zur Ablage eines Filmes aus Wolframcarbid der Formel W_3C auf einem Substrat, wobei eine Gasmischung aus Wolframhexafluorid, einem aromatischen Kohlenwasserstoff und Wasserstoff bei einer erhöhten Temperatur in einer Kammer, in der dieses Substrat angeordnet ist, einer Dampfphasenreaktion unterworfen wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Wolframhexafluorid, der aromatische Kohlenwasserstoff und der Wasserstoff so proportioniert werden, daß das Atomverhältnis von Kohlenstoff zu Wolfram in der Gasmischung im Bereich von 2 bis 10 liegt und daß das Atomverhältnis von Wasserstoff zu Kohlenstoff in der Gasmischung nicht niedriger als 3 ist, und daß die erhöhte Temperatur im Bereich von 250 bis 500°C liegt.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß als aromatischer Kohlenwasserstoff ein Arylkohlenwasserstoff verwendet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Arylkohlenwasserstoff Benzol ist.

10. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Dampfphasenreaktion bei Normaldruck durchgeführt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Dampfphasenreaktion unter vermindertem Druck durchgeführt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat ein Metallteil ist.

30

35

40

45

50

55

60

65